

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

10/534733

JP2004/011910

22. 9. 2004

REC'D 11 NOV 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 8月22日

出願番号  
Application Number: 特願2003-299375  
[ST. 10/C]: [JP2003-299375]

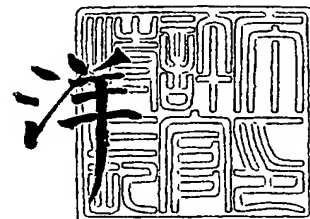
出願人  
Applicant(s): 積水化学工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年10月28日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特2004-3097320

【書類名】 特許願  
【整理番号】 SK253  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C03C 27/12  
【発明者】  
    【住所又は居所】 滋賀県甲賀郡水口町泉 1 2 5 9 積水化学工業株式会社内  
    【氏名】 深谷 重一  
【発明者】  
    【住所又は居所】 大阪府三島郡島本町百山 2 - 1 積水化学工業株式会社内  
    【氏名】 多田 俊生  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000002174  
    【氏名又は名称】 積水化学工業株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100086586  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 安富 康男  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 033891  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1

**【書類名】特許請求の範囲****【請求項 1】**

少なくとも合わせガラス用中間膜とガラス板とが積層され、一体化されている合わせガラスであって、

ヨーロッパ・エンハンスド・ビークルーセーフティ・コミッティー (European Enhanced Vehicle-safety Committee; EEVC/WG17) の規定に準拠して測定した頭部衝撃指数 (Head Injury Criteria; HIC) 値が 1000 以下であることを特徴とする合わせガラス。

**【請求項 2】**

合わせガラス用中間膜は、温度 100℃、周波数 50 Hz 以上の領域で周波数を変えながら測定した粘弾性試験における貯蔵弾性率  $E'$  が  $1 \times 10^9$  Pa 以下であることを特徴とする請求項 1 記載の合わせガラス。

**【請求項 3】**

合わせガラス用中間膜は、周波数 50 Hz 以上の領域における  $\tan \delta$  が 0.1 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の合わせガラス。

**【請求項 4】**

合わせガラス用中間膜は、温度 20℃、引張り速度 500%/分での応力-歪み曲線から求められた降伏点応力  $\sigma_Y$  が 0.5 MPa 以下であり、降伏点歪み  $\epsilon_Y$  が 10% 以上であり、破断点応力  $\sigma_B$  が 20 MPa 以下であり、かつ、破断点歪み  $\epsilon_B$  が 200% 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の合わせガラス。

**【請求項 5】**

合わせガラス用中間膜は、破断エネルギーが  $1.0 \text{ J/mm}^2$  以上であることを特徴とする請求項 4 記載の合わせガラス。

**【請求項 6】**

合わせガラス用中間膜は、ポリビニルアセタール樹脂 100 重量部に対して可塑剤が 35 重量部以上含有されていることを特徴とする請求項 2、3、4 又は 5 記載の合わせガラス。

**【請求項 7】**

合わせガラス用中間膜は、アセタール化度が 65~75 mol% のポリビニルアセタール樹脂からなることを特徴とする請求項 2、3、4 又は 5 記載の合わせガラス。

**【請求項 8】**

合わせガラス用中間膜は、赤外吸収スペクトルを測定したときの水酸基のピークの半値幅が  $250 \text{ cm}^{-1}$  以下であるポリビニルアセタール樹脂からなることを特徴とする請求項 2、3、4 又は 5 記載の合わせガラス。

**【請求項 9】**

合わせガラス用中間膜は、多層構造であることを特徴とする請求項 2、3、4 又は 5 記載の合わせガラス。

**【請求項 10】**

合わせガラス用中間膜は、ゴム粒子が分散されていることを特徴とする請求項 2、3、4 又は 5 記載の合わせガラス。

**【請求項 11】**

合わせガラス用中間膜の厚さが  $700 \mu\text{m}$  以上であることを特徴とする請求項 2、3、4、5、6、7、8、9 又は 10 記載の合わせガラス。

**【請求項 12】**

温度  $22 \pm 3^\circ\text{C}$ 、剥離速度  $500 \text{ mm/分}$  の条件で測定したときの合わせガラス用中間膜とガラス板との  $180^\circ$  剥離強度が  $2.5 \text{ N/mm}$  以下であることを特徴とする請求項 1 記載の合わせガラス。

**【請求項 13】**

合わせガラス用中間膜がガラス板で挟着された構造であり、一方のガラス板の厚さが 2.5 mm 以下であり、他方のガラス板の厚さが 1.8 mm 以下であることを特徴とする請求

項 1 記載の合わせガラス。

【請求項 14】

合わせガラス用中間膜は、落球高さ測定試験により測定された落球高さが 4 m 以上であることを特徴とする請求項 13 記載の合わせガラス。

【請求項 15】

合わせガラス用中間膜は、架橋されたポリビニルアセタール樹脂からなることを特徴とする請求項 13 又は 14 記載の合わせガラス。

【請求項 16】

合わせガラス用中間膜は、多層構造であることを特徴とする請求項 13 又は 14 記載の合わせガラス。

【請求項 17】

合わせガラス用中間膜の厚さが 800  $\mu$ m 以上であることを特徴とする請求項 13 又は 14 記載の合わせガラス。

【請求項 18】

合わせガラス用中間膜は、ガラス板と透明樹脂板との間に挟着されていることを特徴とする請求項 1 記載の合わせガラス。

【請求項 19】

透明樹脂板は、ポリカーボネート又はポリメタアクリル酸メチルからなることを特徴とする請求項 18 記載の合わせガラス。

【請求項 20】

透明樹脂板は、透明エラストマーで被覆されていることを特徴とする請求項 18 又は 19 記載の合わせガラス。

【書類名】明細書

【発明の名称】合わせガラス

【技術分野】

【0001】

本発明は、外部から加えられた衝撃を緩和する性能に優れ、特に車両用のガラスとして使用した場合において、対人事故が発生して頭部が衝突したときの衝撃緩和性能に優れる合わせガラスに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、先進国では車対歩行者の衝突時における車の歩行者保護性能の評価システムが開発研究されている。車との衝突時に歩行者が致命傷を負う部位のうち最も多いのが頭部である。このため、頭部の衝撃保護評価を行うための頭部衝撃テスト法についても、国際規格（ISO/SC10/WG2）やEU規格（E.EVC/WG10）が定められている。

【0003】

例えば、ヨーロッパ・エンハンスド・ビークル・セーフティ・コミッティー（European Enhanced Vehicle-safety Committee; E.EVC/WG17）は、歩行者保護試験の1つとして頭部保護試験を提案しており、この頭部保護試験に準拠した方法により求められた頭部衝撃指数（Head Injury Criteria; HIC値）が1000を超えないことが車の安全性についての性能基準として提案されている。なお、HIC値が1000とは重傷を負う閾値であり、HIC値が1000を超えると通常の人間の生存確率は低くなると言われている。

【0004】

近年の車両のフロントノーズは短くなる傾向にあり、最近の事故では大人歩行者の頭部が車両と衝突する位置はボンネットに加えてフロントガラスも多い。しかし、E.EVC/WG17の頭部保護試験は、試験範囲を乗用車のボンネット上のみと規定しているため、現在進められている国際研究調和活動（IHRA）では、大人頭部保護試験の範囲に前面窓ガラスも含めることを検討している。

【0005】

現在、自動車のような車輛、航空機、建築物等用のガラスとしては、外部衝撃を受けて破損しても、ガラスの破片が飛散することが少なく安全であるため、合わせガラスが広く用いられている。このような合わせガラスとしては、少なくとも一對のガラス板間に、可塑剤により可塑化されたポリビニルブチラール樹脂等のポリビニルアセタール樹脂からなる合わせガラス用中間膜を介在させ、一体化させて得られるもの等が挙げられる。

【0006】

しかし、従来の合わせガラスの多くは、HIC値が1000を超えるものであった。特に、自動車のフロントガラスでは、固定されている外周部付近において特にHIC値が高く、場合によっては2000を超えることもあった。このようなフロントガラスの外周部付近は、事故発生時に大人歩行者の頭部が衝突する確率の高い箇所であり、歩行者が車両と衝突した際の頭部障害を回避するために、HIC値の低い合わせガラスが求められていた。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の目的は、上記従来の問題点に鑑み、外部から加えられた衝撃を緩和する性能に優れ、特に車両用のガラスとして使用した場合において、対人事故が発生して頭部が衝突したときの衝撃緩和性能に優れる合わせガラスを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明は、少なくとも合わせガラス用中間膜とガラス板とが積層され、一体化されている合わせガラスであって、ヨーロッパ・エンハンスド・ビークル・セーフティ・コミッテ

ィー (European Enhanced Vehicle-safety Committee; EEVC/WG17) の規定に準拠して測定した頭部衝撃指数 (Head Injury Criteria; HIC) 値が1000以下である合わせガラスである。

以下に本発明を詳述する。

#### 【0009】

本発明の合わせガラスは、EEVC/WG17の規定に準拠して測定したHIC値が1000以下である。1000を超えると、本発明の合わせガラスを車両用のガラスとして使用した場合に、歩行者が車両と衝突した際の頭部障害を回避することができず、生存確率が低くなる。好ましくは600以下、より好ましくは300以下である。

なお、本発明の合わせガラスにおいて、「HIC値」は、大きさが600mm×600mmの合わせガラスを開口部が500mm×500mmの枠に固定したときに、その中央部に11.1m/sの速度でインパクトヘッドを衝突させることにより測定される。

#### 【0010】

図1は、本発明の合わせガラスのHIC値を測定する際に使用するHIC値測定装置の一例を模式的に示す分解斜視図である。

図1に示すように、HIC値測定装置10は、主に、上端に合わせガラスの外周部分を載置するための鋸部12が形成された箱状の支持部11と、鋸部12と略同形状の固定部13と、人間の頭部を模した形状のインパクトヘッド14とから構成されている。

支持部11の鋸部12と固定部13とは、それぞれ対応する位置に複数の貫通孔（図示せず）が形成されており、鋸部12上にHIC値を測定する合わせガラスを載置し、該合わせガラス上に固定部13を配設した後、貫通孔にネジ等の固定部材を螺合することで、合わせガラスをその外周部分で保持固定できるようになっている。

すなわち、図1に示したHIC値測定装置では、鋸部12及び固定部13の内周部分の大きさが500mm×500mmとなっている。

#### 【0011】

インパクトヘッド14は、金属製のコアに半球状の樹脂製ヘッドスキンが取り付けられており、上記コア内部の中心には、3軸方向の加速度を測定する加速度センサが備えられている。

このようなインパクトヘッド14は、上記のように保持固定させた合わせガラスの上方に配置されており、合わせガラスの表面に上述の条件で衝突させた際の衝撃を上記加速度センサが感知して合わせガラスのHIC値を測定する。

#### 【0012】

本発明の合わせガラスのHIC値は、上記のように配設した後、EEVC/WG17の規定に準拠して、下記式(1)により測定することができる。

#### 【0013】

##### 【数1】

$$HIC = \left[ \frac{1}{(t_2 - t_1)} \int_1^2 a_r dt \right]^{2.5} (t_2 - t_1)_{\max} \quad (1)$$

$$\text{但し } a_r = \sqrt{a_I^2 + a_F^2 + a_S^2}$$

#### 【0014】

式(1)中、 $a_r$ は、インパクトヘッドの合成加速度(G)を表し、 $a_I$ は、インパクトヘッドの進行方向の加速度(G)を表し、 $a_F$ は、インパクトヘッドの前後方向の加速度(G)を表し、 $a_S$ は、インパクトヘッドの横方向の加速度(G)を表し、 $t_2 - t_1$ は、HIC値が最大になる時間間隔(最大0.015s)を表す。

## 【0015】

このような低HIC値を達成できる合わせガラスとしては特に限定されないが、(1) 合わせガラス用中間膜により衝撃を吸収するもの、(2) ガラス部分を薄くし、衝突時に容易にガラスが変形及び／又は割れることで衝撃を吸収する一方、車両用ガラスとして必要な耐貫通性等の諸性能を合わせガラス用中間膜の性能により達成するもの、(3) 合わせガラスの一方の側（車両用ガラスとして用いたときに内側となる側）をガラスの代わりに樹脂フィルムとすることにより合わせガラス全体の衝撃吸収性を向上させたもの等が挙げられる。

以下にそれぞれの場合について詳述する。

## 【0016】

まず、(1) 合わせガラス用中間膜により衝撃を吸収するものとしては、例えば、合わせガラス用中間膜として貯蔵弾性率 $E'$ が一定以下のもの； $\tan \delta$ が一定以上のもの；引張試験における応力-歪み曲線から求められた降伏点応力 $\sigma_Y$ 、降伏点歪み $\epsilon_Y$ 、破断点応力 $\sigma_B$ 及び破断点歪み $\epsilon_B$ が一定の要件を満たすもの等を用いた合わせガラスが考えられる。

## 【0017】

すなわち、このような本発明の合わせガラスにおいて、合わせガラス用中間膜は、温度100℃、周波数50Hz以上の領域で周波数を変えながら測定した粘弾性試験における貯蔵弾性率 $E'$ が $1.0 \times 10^9$  Pa以下であることが好ましい。貯蔵弾性率 $E'$ は合わせガラス用中間膜の軟らかさを表す値である。十分に軟らかい合わせガラス用中間膜を用いることにより、得られる合わせガラスはHIC値の低いものとなる。 $1.0 \times 10^9$  Paを超えると、得られる合わせガラスのHIC値が1000を超えることがある。より好ましくは $0.5 \times 10^9$  Pa以下である。

## 【0018】

また、上記合わせガラス用中間膜は、周波数50Hz以上の領域における $\tan \delta$ が0.1以上であることが好ましい。 $\tan \delta$ は、貯蔵弾性率 $E'$ と損失弾性率 $E''$ との比( $E''/E'$ )であり、合わせガラス用中間膜の動的粘弾性、ひいては衝撃エネルギー吸収性を示す値である。十分に衝撃エネルギー吸収性の高い合わせガラス用中間膜を用いることにより、得られる合わせガラスはHIC値の低いものとなる。0.1未満であると、得られる合わせガラスのHIC値が1000を超えることがある。より好ましくは0.3以下である。

## 【0019】

更に、上記合わせガラス用中間膜は、温度20℃、引張り速度500%/分での応力-歪み曲線から求められた降伏点応力 $\sigma_Y$ が0.5 MPa以下であり、降伏点歪み $\epsilon_Y$ が10%以上であり、破断点応力 $\sigma_B$ が20 MPa以下であり、かつ、破断点歪み $\epsilon_B$ が200%以上であることが好ましい。このような値を満たす合わせガラス用中間膜は、衝突時に15 msec以内に伸びることにより衝撃のエネルギーを吸収することができ、このような合わせガラス用中間膜を用いた合わせガラスは、HIC値が1000以下となる。より好ましい破断点応力 $\sigma_B$ は13 MPa以下、より好ましい破断点歪み $\epsilon_B$ は300%以上であり、更に好ましい破断点応力 $\sigma_B$ は8 MPa以下であり、更に好ましい破断点歪み $\epsilon_B$ は500%である。

なお、上記合わせガラス用中間膜の応力-歪み曲線は、例えば、JIS K 6771に準拠して、引張試験機を用いて、合わせガラス用中間膜の試験片をダンベル1号で、温度20℃、引っ張り速度500%/分で引っ張って破断抵抗力( $\text{kg}/\text{cm}^2$ )を測定することで描くことができる。また、上記降伏点応力 $\sigma_Y$ は、上記応力-歪み曲線における上降伏点における応力の値であり、上記降伏点歪み $\epsilon_Y$ は、上降伏点における歪みの値であり、上記破断点応力 $\sigma_B$ は、上記試験片が破断したときの応力の値であり、破断点歪み $\epsilon_B$ は、上記試験片が破断したときの歪みの値である。

## 【0020】

このようにして求められる降伏点応力 $\sigma_Y$ 、降伏点歪み $\epsilon_Y$ 、破断点応力 $\sigma_B$ 及び破断点

歪み  $\epsilon_B$  が上記条件を満たす場合、上記合わせガラス用中間膜の破断エネルギー  $U$  は、 $1.0 \text{ J/mm}^2$  以上であることが好ましい。なお、破断エネルギー  $U$  は、上記条件での引っ張り試験における合わせガラス用中間膜の応力  $\sigma$  と歪み  $\epsilon$  とから下記式 (2) により算出することができる。

【0021】

$$U = \int \sigma d\epsilon \quad (2)$$

【0022】

このような貯蔵弾性率  $E'$ 、 $\tan \delta$  及び降伏点応力  $\sigma_Y$  等が上述の条件（以下、第一の条件ともいう）を満たす合わせガラス用中間膜としては、具体的には、ポリビニルアセタール樹脂を主成分とした以下のようなものが挙げられる。

例えば、第一の条件を満たす合わせガラス用中間膜としては、ポリビニルアセタール樹脂 100 重量部に対して可塑剤が 35 重量部以上含有されているものが好ましい。大量の可塑剤を配合することにより、合わせガラス用中間膜は、上記第一の条件を満たすことができる。可塑剤の配合量としては 45 重量部以上が更に好ましく、60 重量部以上が特に好ましい。

【0023】

上記ポリビニルアセタール樹脂は、従来公知の方法により製造することができる。例えば、ポリビニルアルコールを温水に溶解し、得られた水溶液を所定の温度、例えば  $0 \sim 90^\circ\text{C}$ 、好ましくは  $10 \sim 20^\circ\text{C}$  に保持しておいて、所要の酸触媒及びアルデヒドを加え、攪拌しながらアセタール化反応を進行させる。次いで、反応温度を  $70^\circ\text{C}$  に上げて熟成し反応を完結させ、その後、中和、水洗及び乾燥を行ってポリビニルアセタール樹脂の粉末を得る方法等が挙げられる。

【0024】

上記アルデヒドとしては特に限定されず、例えば、プロピオンアルデヒド、 $n$ -ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、バレルアルデヒド、 $n$ -ヘキシルアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド、 $n$ -ヘプチルアルデヒド、 $n$ -オクチルアルデヒド、 $n$ -ノニルアルデヒド、 $n$ -デシルアルデヒド、ベンズアルデヒド、シンナムアルデヒド等の脂肪族、芳香族、脂環族アルデヒド等が挙げられる。好ましくは、炭素数 4～8 の  $n$ -ブチルアルデヒド、 $n$ -ヘキシルアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド、 $n$ -オクチルアルデヒドである。炭素数 4 の  $n$ -ブチルアルデヒドは、得られるポリビニルアセタール樹脂の使用により、各樹脂膜の接着強度が強くなり、また耐候性にも優れ、しかも樹脂の製造も容易となるので、より好ましい。これらは、単独で使用されてもよく、2 種以上が併用されてもよい。

【0025】

このような大量の可塑剤を配合した場合、得られる合わせガラス用中間膜の成形性が劣ったり、可塑剤がブリードアウトしたりする等の問題が生じることがあるが、例えば、可塑剤の配合量の多いポリビニルアセタール膜を可塑剤の配合量の少ないポリビニルアセタール樹脂膜で挟み込む構造としたり、ポリビニルアセタール樹脂を架橋したりすることにより抑制することができる。

【0026】

可塑剤の配合量の多いポリビニルアセタール樹脂膜を可塑剤の配合量の少ないポリビニルアセタール樹脂膜で挟み込む構造とする場合、各層の可塑剤の含有量は、ポリビニルアセタール樹脂 100 重量部に対する割合で比較したときに、5 重量部以上異なることが好ましい。5 重量部未満であると、十分に衝撃を吸収する能力を持つ層と、これを保護する層とに機能分担させることができないことがある。

【0027】

ポリビニルアセタール樹脂を架橋する場合、ポリビニルアセタール樹脂を架橋する方法としては、例えば、ポリビニルアルコールをブチルアルデヒド等のアルデヒドによりアセタール化する際に、グルタルアルデヒドのようなジアルデヒドを用いて、分子間をジアセタール結合により軽度架橋させる方法；ポリビニルアルコールのアセタール化反応におい



て目的のアセタール化度の少なくとも90%に達した後、これに酸触媒を追加して60～95℃で反応させることにより、ポリビニルアセタール分子間をモノブチラール結合によって架橋する方法；得られたポリビニルアセタール樹脂に残存する水酸基と反応する架橋剤を添加し、水酸基を架橋する方法等が挙げられる。

#### 【0028】

上記水酸基と反応する架橋剤としては、例えば、グリオキサザール、硫黄原子を分子鎖中に含むジアルデヒド、グリオキサザールーエチレングリコール反応物、両末端がアルデヒドで変性されたポリビニルアルコール、ジアルデヒドデンプン、ポリアクロレイン等のジアルデヒド類、N-メチロール尿素、N-メチロールメラミン、トリメチロールメラミン、ヘキサメチロールメラミン等のメチロール類、 $\alpha$ -ヒドロキシエチルスルホン酸、エピクロロヒドリン、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、ジグリシジルエーテル化されたビスフェノールA型エポキシ樹脂、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、ネオペンチルグリコールジグリシジルエーテル、ジグリシジルエーテル化されたグリセリン、分子鎖中に3つ以上のグリシジルエーテル基を有するポリエチレングリコール、トリメチロールプロパンのポリグリシジルエーテル変性物、ソルビトールのポリグリシジルエーテル変性物、ソルビタンのポリグリシジルエーテル変性物、ポリグリセロールのポリグリシジルエーテル変性物等のエポキシ類、ジカルボン酸、トリエチレングリコールとアクリル酸メチルとのマイケル付加物、ポリアクリル酸、メチルビニルエーテルーマレイン酸共重合体とイソブチレンー無水マレイン酸共重合体との混合物等の多価カルボン酸、トリレンジイソシアネート、フェニレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、1,5-ナフチレンジイソシアネート等の芳香族ジイソシアネート類、ヘキサメチレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、リジンジイソシアネート、4,4'-ジジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート等の脂肪族ジイソシアネート、ポリフェノール、アセチルアセトン、マロン酸ジエチルエステル、ラクタム、オキシム、アミド、3級アルコール等でブロックされたポリイソシアネート等が挙げられる。

#### 【0029】

上記可塑剤としては通常ポリビニルアセタール樹脂に使用されるものであれば特に限定されず、中間膜用の可塑剤として一般的に用いられている公知の可塑剤が挙げられ、例えば、一塩基酸エステル、多塩基酸エステル等の有機エステル系可塑剤；有機リン酸系、有機亜リン酸系等のリン酸系可塑剤等が挙げられる。これらの可塑剤は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよく、樹脂との相溶性等を考慮して、ポリビニルアセタール樹脂の種類に応じて使い分けられる。

#### 【0030】

上記一塩基酸エステル系可塑剤としては特に限定されず、例えば、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール又はトリプロピレングリコール等のグリコールと、酪酸、イソ酪酸、カプロン酸、2-エチル酪酸、ヘプチル酸、n-オクチル酸、2-エチルヘキシル酸、ペラルゴン酸（n-ノニル酸）又はデシル酸等の有機酸との反応によって得られるグリコール系エステルが挙げられる。なかでも、トリエチレングリコールージカプロン酸エステル、トリエチレングリコールージ2-エチル酪酸エステル、トリエチレングリコールージn-オクチル酸エステル、トリエチレングリコールージ2-エチルヘキシル酸エステル等のトリエチレングリコールの一塩基性有機酸エステルが好適に用いられる。

#### 【0031】

上記多塩基酸エステル系可塑剤としては特に限定されず、例えば、アジピン酸、セバシン酸又はアゼライン酸等の多塩基性有機酸と、炭素数4～8の直鎖状又は分枝状アルコールとのエステル等が挙げられる。なかでも、ジブチルセバシン酸エステル、ジオクチルアゼライン酸エステル、ジブチルカルビトールアジピン酸エステル等が好適に用いられる。

#### 【0032】

上記有機エステル系可塑剤としては特に限定されないが、例えば、トリエチレングリコー

ルジ-2-エチルブチレート、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキソエート、トリエチレングリコールジカプリレート、トリエチレングリコールジ-n-オクトエート、トリエチレングリコールジ-n-ヘプトエート、テトラエチレングリコールジ-n-ヘプトエート、ジブチルセバケート、ジオクチルアゼレート、ジブチルカルビトールアジペート等が好適に用いられる。

#### 【0033】

その他、例えば、エチレングリコールジ-2-エチルブチレート、1,3-プロピレングリコールジ-2-エチルブチレート、1,4-プロピレングリコールジ-2-エチルブチレート、1,4-ブチレングリコールジ-2-エチルブチレート、1,2-ブチレングリコールジ-2-エチルブチレート、ジエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、ジエチレングリコールジ-2-エチルヘキソエート、ジプロピレングリコールジ-2-エチルブチレート、トリエチレングリコールジ-2-エチルペンテエート、テトラエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、ジエチレングリコールジカプリエート等も上記可塑剤として用いることができる。

#### 【0034】

上記リン酸系可塑剤としては特に限定されないが、例えば、トリブトキシエチルホスフェート、イソデシルフェニルホスフェート、トリイソプロピルホスファイト等が好適である。

また、上記可塑剤のなかで、ジカルボン酸と1価アルコールとからなるか、又は、モノカルボン酸と2価アルコールとからなるジエステル系化合物が配合されていることが好ましい。

#### 【0035】

また、例えば、第一の条件を満たす合わせガラス用中間膜としては、アセタール化度が65~75mol%のポリビニルアセタール樹脂からなるものが好ましい。

なお、本明細書において、「アセタール化度」とは、ポリビニルアセタール樹脂のアセタール基が原料となるポリアルコール樹脂の2つの水酸基をアセタール化して形成されていることから、アセタール化された2つの水酸基を数える方法により算出したものをいう。

#### 【0036】

また、例えば、第一の条件を満たす合わせガラス用中間膜としては、赤外吸収スペクトルを測定したときの水酸基のピークの半値幅が $250\text{ cm}^{-1}$ 以下であるポリビニルアセタール樹脂からなるものが好ましく、より好ましくは $230\text{ cm}^{-1}$ 以下である。

上記合わせガラス用中間膜の赤外吸収スペクトルの測定方法としては、例えば、HORIBA社製「FT-IR」を用いて、赤外吸収スペクトルを求め、得られたピークのうち水酸基に対応するピークから測定することができる。

#### 【0037】

また、例えば、第一の条件を満たす合わせガラス用中間膜としては、多層構造であるものが好ましい。性質の異なる樹脂膜からなる多層構造とすることにより、各層間の剥離強度が低下し、合わせガラス用中間膜に力が加わった際に、各樹脂層間で滑りが発生することにより、衝撃を吸収することができる。

#### 【0038】

上記多層構造の合わせガラス用中間膜を構成する各樹脂層としては特に限定されないが、各樹脂層の接着力が異なるものが好ましく、例えば、各樹脂層が主にポリビニルアセタール樹脂からなる場合、可塑剤の含有量がポリビニルアセタール樹脂100重量部対して5重量部以上異なるもの；ポリエチレンテレフタレートフィルムとポリビニルアセタール樹脂からなる層等の各樹脂層が異なる組成の樹脂からなるもの；各樹脂層に配合された接着力調整剤の配合量が異なるもの；各樹脂層のアセタール化度が異なるもの等の組み合わせが考えられる。

#### 【0039】

上記接着力調整剤としては特に限定されないが、上記樹脂層に炭素数2~6のカルボン酸の金属塩を含有させることにより、合わせガラス用中間膜とガラス板との接着力の経時低

下を防止することができ、白化防止と接着力の経時低下防止とを両立させることができる。

上記カルボン酸の金属塩としては、例えば、ペンタン酸金属塩（炭素数5）、ヘキサン酸（2-エチルブタン酸）金属塩（炭素数6）、ヘプタン酸金属塩（炭素数7）、オクタン酸金属塩（炭素数8）等が挙げられる。これらは単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。また、上記カルボン酸は、直鎖タイプであってもよく側鎖タイプであってもよい。

#### 【0040】

更に、例えば、第一の条件を満たす合わせガラス用中間膜としては、ゴム粒子が分散されているものが好ましい。このようなゴム粒子を分散させた場合にも、合わせガラス用中間膜に力がかかった際に、樹脂とゴム粒子との界面において滑りが発生することにより、衝撃を吸収することができる。

上記ゴム粒子としては特に限定されないが、例えば、周りの樹脂と屈折率が近く得られる合わせガラス用中間膜の可視光線透過率等を悪化させにくいことから、ポリビニルアセタール架橋体等が好適である。また、上記ゴム粒子の粒径としては特に限定されないが、 $1.0\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、上記ゴム粒子の配合量としては特に限定されず、ポリビニルアセタール樹脂等の樹脂100重量部に対して好ましい下限は0.01重量部、好ましい上限は10重量部である。

#### 【0041】

これらの第一の条件を満たす合わせガラス用中間膜を用いる場合には、合わせガラス用中間膜の厚さを $700\mu\text{m}$ 以上にすることが好ましい。 $700\mu\text{m}$ 以上にすることにより、より一層HIC値を低減することができる。より好ましくは $1500\mu\text{m}$ 以上である。

#### 【0042】

また、(1) 合わせガラス用中間膜により衝撃を吸収するものとしては、例えば、上述の第一の条件を満たす合わせガラス用中間膜を用いる以外にも、温度 $22\pm 3^{\circ}\text{C}$ 、剥離速度 $500\text{mm}/\text{分}$ の条件で測定した合わせガラス用中間膜とガラス板との $180^{\circ}$ 剥離強度が $2.5\text{N}/\text{mm}$ 以下になるような合わせガラス用中間膜を用いることも考えられる。合わせガラス用中間膜とガラス板との剥離強度を低くすることにより、衝突の際の衝撃をガラス板と合わせガラス用中間膜との界面の滑りにより吸収することができる。 $2.5\text{N}/\text{mm}$ を超えると、本発明の合わせガラスのHICの値が1000を超えるものとなることがある。

なお、上記合わせガラス用中間膜とガラス板との $180^{\circ}$ 剥離強度は、従来公知の引張試験機を用いて測定することができ、例えば、本発明の合わせガラスが2枚のガラス板の間に合わせガラス用中間膜が挟着された構造である場合、合わせガラスを幅 $1\text{cm}$ 、長さ $10\text{cm}$ にカットして試験片を作製し、該試験片の片面のガラス板を除去して合わせガラス用中間膜の一端を予め剥離させ、この試験片を引張試験機（オリエンテック社製、「テンシロンUCE500」）の下部つかみに水平に取り付け、予め剥離させた合わせガラス用中間膜の一端を引張試験機の上部つかみに取り付け、温度 $22\pm 3^{\circ}\text{C}$ 、剥離速度 $500\text{mm}/\text{分}$ の条件で $180^{\circ}$ に引張って合わせガラス用中間膜をガラス板から剥離させ、そのときの引き剥がし力（剥離強度）（ $\text{N}/\text{cm}$ ）を測定することで求めることができる。

#### 【0043】

上記合わせガラス用中間膜とガラス板との剥離強度を $2.5\text{N}/\text{mm}$ 以下とする方法としては、例えば、合わせガラス用中間膜のガラスと接する層を、ガラスとの接着力に劣る樹脂からなるものとする方法等が挙げられる。

このような樹脂としては、例えば、接着力調整剤となるカルボン酸の金属塩を適度に含有させたポリビニルアセタール樹脂等が挙げられる。

また、合わせガラス用中間膜のガラスと接する層の表面にエンボス加工等を施す方法等も考えられる。

#### 【0044】

次に、(2) ガラス部分を薄くし、衝突時に容易にガラスが割れることで衝撃を吸収する

一方、車両用ガラスとして必要な耐貫通性等の諸性能を合わせガラス用中間膜の性能により達成するものとしては、一方のガラス板の厚さを2.5mm以下、他方のガラス板の厚さを1.8mm以下にすることが考えられる。このような合わせガラスは、衝突時に容易にガラスが変形及び／又は割れることで衝撃を吸収することができる。なお、合わせガラスのHIC値は衝突時の変形と強い関係を有しており、合わせガラスのHIC値は、衝突時の変形量が増加する程減少する。すなわち、合わせガラスの変形が大きい程、HIC値が下がることとなる。より好ましくは、一方のガラス板の厚さが1.8mm以下、他方のガラス板の厚さが1.4mm以下であり、更に好ましくは、一方のガラス板の厚さが1.7mm以下、他方のガラス板の厚さが1.3mm以下である。

なお、このような構造の合わせガラスを車両用のガラスとして使用する場合には、厚さの厚い方を車外側、厚さが薄い方を車内側とすることが好ましい。

#### 【0045】

このようにガラス部分を薄くした場合、HIC値を低くすることはできるものの、耐貫通性等の車両用ガラスとして要求される基本的な諸性能が劣ることがあるが、合わせガラス用中間膜として下述する耐貫通性等が優れたものを用いれば、合わせガラス全体としての基本性能を満たすことが可能となる。

すなわち、上記構造の合わせガラスでは、合わせガラス用中間膜は、落球高さ測定試験により測定された落球高さが4m以上であることが好ましい（このような条件を、以下、第二の条件ともいう）。4m未満であると、合わせガラス全体としての耐貫通性等が不十分となり、車両用ガラスとしては用いることができないことがある。より好ましくは5m以上であり、更に好ましくは7m以上である。

#### 【0046】

第二の条件を満たす合わせガラス用中間膜としては、例えば、架橋されたポリビニルアセタール樹脂からなるもの；耐貫通性に優れた層を含む多層構造のもの、厚さが800 $\mu$ m以上のもの等が好ましい。

#### 【0047】

第二の条件を満たす合わせガラス用中間膜において、上記架橋されたポリビニルブチラール樹脂としては、上述のものと同様のものを用いることができる。

また、第二の条件を満たす合わせガラス用中間膜において、上記耐貫通性に優れた層としては、例えば、ポリエチレンテレフタレート等からなる層、可塑剤の配合量を必要最小限に抑えたポリビニルアセタール樹脂からなる層等が挙げられる。ただし、このような耐貫通性に優れた層はガラスとの接着性等に欠けることから、ポリビニルアセタール樹脂層で挟み込んだ多層構造とすることが好ましい。

更に、第二の条件を満たす合わせガラス用中間膜においは、厚さを800 $\mu$ m以上とすることにより耐貫通性等を向上させることができる。より好ましくは900 $\mu$ m以上である。

#### 【0048】

次に、(3) 合わせガラスの一方の側（車両用ガラスとして用いたときに内側となる側）をガラスの代わりに樹脂フィルムとすることにより合わせガラス全体の衝撃吸収性を向上させたものとしては、例えば、合わせガラス用中間膜がガラス板と透明樹脂板との間に挟着されているものが好ましい。このような合わせガラスは、両面がガラス板からなるものに比べて衝撃吸収性能が充分に高く、HICの値が1000以下となる。

#### 【0049】

上記透明樹脂板としては特に限定されないが、例えば、可視光線透過率等に優れることから、ポリカーボネート又はポリメタクリル酸メチルからなるものが好ましい。

#### 【0050】

また、上記透明樹脂板は一般に傷が付きやすいことから、車両用ガラスとして用いるためには、透明エラストマー等により被覆されていることが好ましい。

上記透明エラストマーとしては特に限定されず、例えば、ウレタン系エラストマー、ナイロン系エラストマー、直鎖低密度ポリエチレン等が挙げられる。

## 【0051】

本発明の合わせガラスにおいて、合わせガラス用中間膜の製造方法としては特に限定されず、例えば、上述したポリビニルアセタール樹脂等の樹脂成分、可塑剤及び必要に応じて他の添加剤を配合し、均一に混練りした後、押出し法、カレンダー法、プレス法、キャスト法、インフレーション法等従来公知の方法によりシート状に製膜する方法等が挙げられる。

## 【0052】

また、本発明の合わせガラスを製造する方法としては特に限定されず、従来公知の合わせガラスの製造方法を採用することができる。

例えば、本発明の合わせガラスが、2枚のガラス板の間に合わせガラス用中間膜が挟着された構造である場合、上記合わせガラス用中間膜を2枚のガラス板の間に挟み、これをゴムバッグに入れ、減圧吸引しながら約70～110℃で予備接着し、次いで、オートクレーブを用いるか、又は、プレスを行い、約120～150℃の温度、約10～15 kg/cm<sup>2</sup>の圧力で本接着を行うことで製造することができる。

## 【0053】

また、上記合わせガラスの製造方法において、少なくとも一対のガラス板間に、可塑化されたポリビニルブチラル樹脂からなる合わせガラス用中間膜を介在させ、減圧下で吸引脱気すると同時に、温度60～100℃で加熱圧着してもよい。より具体的には、ガラス板／中間膜／ガラス板の積層体をゴムバッグに入れ、例えばオートクレーブ中で、-500～-700 mmHg程度の減圧下で吸引脱気しながら約60～100℃の温度及び1～10 kg/cm<sup>2</sup>程度の圧力で10～30分間程度加熱圧着し、脱気と接着とを同時に行うことにより実施される。

この製造方法においては、上述のように、加熱圧着する時の温度を60～100℃の範囲に限定し、圧着圧力、圧着時間及び吸引脱気する時の減圧度等の諸条件を上記程度の範囲内で適宜設定することにより、合わせガラス用中間膜とガラス板との接着力を所望の適性範囲内に収まるように調整することができる。

## 【0054】

本発明の合わせガラスは、HICの値が1000以下であるため、外部から加えられた衝撃を緩和する性能に優れ、特に車両用のガラスとして使用した場合において、対人事故が発生して頭部が衝突したときの衝撃緩和性能に優れたものとなる。

本発明の合わせガラスを車両用ガラスとして使用し、窓枠に固定した場合には、特に窓枠や下端部に近い部分においてHIC値が高い傾向にある。また、対人事故が発生した場合、歩行者等の頭部が衝突する箇所は、車両用ガラス（特にフロントガラス）の下端部分の確率が高い。従って、特に窓枠や下端部に近い部分のHIC値が低くなるように調整してもよい。

## 【0055】

このような車両用ガラスとしては、合わせガラス用中間膜が上端から下端に向かって順次厚くなっている楔形状であるものや、周辺部の厚さが中央部よりも厚くなっている形状のもの等が挙げられる。

## 【発明の効果】

## 【0056】

本発明によれば、外部から加えられた衝撃を緩和する性能に優れ、特に車両用のガラスとして使用した場合において、対人事故が発生して頭部が衝突したときの衝撃緩和性能に優れる合わせガラスを提供できる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0057】

以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

なお、以下の実施例において、評価試験は以下の方法で行った。

## 【0058】

(頭部衝撃指数 (H I C 値) の測定)

図 1 に示した構造の H I C 測定装置を用いて合わせガラスの H I C 値を測定した。H I C 値が 1000 以下の場合を合格 (○) と、1000 を超える場合を不合格 (×) と評価した。

【0059】

(合わせガラス用中間膜の降伏点歪み  $\epsilon_Y$ 、降伏点応力  $\sigma_Y$ 、破断点歪み  $\epsilon_B$  及び破断点応力  $\sigma_B$  の測定)

まず、合わせガラス用中間膜をダンベル 1 号 (J I S K 6771 準拠) の形状の試験片とし、引張試験機を用いて引っ張り速度 500%/分で引っ張り、測定温度 20℃で破断抗張力 ( $\text{kg}/\text{cm}^2$ ) を測定した。得られた値から応力  $\sigma$  (MPa) - 歪み  $\epsilon$  (%) 曲線を求めた。なお、500%/分とは、1 分間に試験片のチャック間距離の 5 倍の距離を動かす速度を意味する。

次に、得られた応力-歪み曲線から降伏点歪み  $\epsilon_Y$  (%)、降伏点応力  $\sigma_Y$  (MPa)、破断点歪み  $\epsilon_B$  (%) 及び破断点応力  $\sigma_B$  (MPa) の測定した。更に、これらの値から破断エネルギー  $U$  ( $\text{J}/\text{mm}^2$ ) を求めた。

【0060】

(貯蔵弾性率  $E'$  及び  $\tan \delta$  の測定)

動的粘弾性測定装置を用いて、20℃にて 50~100 Hz の範囲の粘弾性測定を行い、測定で得られた貯蔵弾性率の最大値を貯蔵弾性率  $E'$  とし、測定で得られた  $\tan \delta$  の最小値を  $\tan \delta$  の測定結果とした。

【0061】

(落球高さ測定試験)

合わせガラスを 23℃±3℃の温度に 16 時間調整し、この合わせガラスの周縁部を支持枠に固定して水平に保持した状態で、その上から合わせガラスの中央部に 2.26 kg の鋼球を自由落下させ、試験片が鋼球の貫通を防止できる落球高さ (m) を測定した。落球高さが 4 m 以上の場合を合格 (○) と、4 m 未満の場合を不合格 (×) と評価した。

【0062】

(実施例 1)

(1) 合わせガラス用中間膜の製造

ポリビニルブチラル樹脂 (アセタール化度 65.0 モル%、ビニルアセテート成分の割合 1.1 モル%) 100 重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート (3GO) 30 重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に溶融混練した後、プレス成形機で 150℃、30 分間プレス成形して、厚さ 760  $\mu\text{m}$  の樹脂膜 (1) を得た。

次に、可塑剤量を 30 重量部から 50 重量部に変更したこと以外は樹脂膜 (1) と同様にして樹脂膜 (2) を得た。

得られた樹脂膜 (2) を 2 枚の樹脂膜 (1) で挟み、加熱プレスを行い熱圧着することにより 3 層構造の合わせガラス用中間膜を得た。

【0063】

得られた合わせガラス用中間膜について上述の方法により、応力-歪み曲線を求め、降伏点歪み  $\epsilon_Y$  (%)、降伏点応力  $\sigma_Y$  (MPa)、破断点歪み  $\epsilon_B$  (%)、破断点応力  $\sigma_B$  (MPa) 及び破断エネルギー  $U$  ( $\text{J}/\text{mm}^2$ ) を測定した。また、上述の方法により貯蔵弾性率  $E'$  及び  $\tan \delta$  を測定した。

結果を表 1 に示した。

【0064】

また、合わせガラス用中間膜を厚さ 2.5 mm の透明な 2 枚のフロートガラスで挟み込み、これをゴムバック内に入れ、2660 Pa の真空度で 20 分間脱気した後、脱気したままオープンに移し、更に 90℃で 30 分間保持しつつ真空プレスした。このようにして予備圧着された合わせガラスをオートクレーブ中で 135℃、圧力 118  $\text{N}/\text{cm}^2$  の条件で 20 分間圧着を行い、合わせガラスを得た。

得られた合わせガラスについて、上述の方法によりHIC値及び落球高さを測定した。結果を表1に示した。

**【0065】****(実施例2)**

赤外吸収スペクトルを測定したときに得られる水酸基に対応するピークの半値幅が $245\text{ cm}^{-1}$ であるポリビニルブチラール樹脂100重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)30重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形機で $150^{\circ}\text{C}$ 、30分間プレス成形して、厚さ $760\text{ }\mu\text{m}$ の樹脂膜を得、これを合わせガラス用中間膜とした。

**【0066】**

得られた合わせガラス用中間膜について上述の方法により、応力-歪み曲線を求め、降伏点歪み $\epsilon_Y$ (%)、降伏点応力 $\sigma_Y$ (MPa)、破断点歪み $\epsilon_B$ (%)、破断点応力 $\sigma_B$ (MPa)及び破断エネルギー $U$ (J/mm<sup>2</sup>)を測定した。また、上述の方法により貯蔵弾性率 $E'$ 及び $\tan\delta$ を測定した。

また、得られた合わせガラス用中間膜を用いた以外は、実施例1と同様にして合わせガラスを得、HIC値及び落球高さを測定した。

結果を表1に示した。

**【0067】****(実施例3)**

ブチラール化度が71モル%であるポリビニルブチラール樹脂100重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)30重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形機で $150^{\circ}\text{C}$ 、30分間プレス成形して、厚さ $760\text{ }\mu\text{m}$ の合わせガラス用中間膜を得た。

**【0068】**

得られた合わせガラス用中間膜について上述の方法により、応力-歪み曲線を求め、降伏点歪み $\epsilon_Y$ (%)、降伏点応力 $\sigma_Y$ (MPa)、破断点歪み $\epsilon_B$ (%)及び破断点応力 $\sigma_B$ (MPa)を測定し、更に、破断エネルギーの測定を測定した。また、上述の方法により貯蔵弾性率 $E'$ 及び $\tan\delta$ を測定した。

また、得られた合わせガラス用中間膜を用いた以外は、実施例1と同様にして合わせガラスを得、HIC値及び落球高さを測定した。

結果を表1に示した。

**【0069】****(実施例4)**

平均重合度1500、醜化度99.5モル%のポリビニルアルコールを10重量%濃度となるように純水に溶解したポリビニルアルコール水溶液を調製した。このポリビニルアルコール水溶液100重量部に、酸触媒として10%塩酸0.8重量部とブチルアルデヒド5.73重量部とを加えた後、 $85\sim 95^{\circ}\text{C}$ にて攪拌しながら1時間反応させた。その後、酸触媒として10%塩酸3.5重量部を追加し、 $85^{\circ}\text{C}$ にて攪拌しながら2時間反応を行い、架橋ポリビニルブチラール樹脂の粒子を得た。得られた架橋ポリビニルブチラール樹脂粒子の平均粒子径は $1.0\text{ }\mu\text{m}$ であった。

**【0070】**

ポリビニルブチラール樹脂(アセタール化度65.0モル%、ビニルアセテート成分の割合1.1モル%)100重量部、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)30重量部及び得られたと架橋ポリビニルブチラール樹脂粒子5重量部を混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形機で $150^{\circ}\text{C}$ 、30分間プレス成形して、厚さ $760\text{ }\mu\text{m}$ の樹脂膜を得、これを合わせガラス用中間膜とした。

**【0071】**

得られた合わせガラス用中間膜について上述の方法により、応力-歪み曲線を求め、降伏点歪み $\epsilon_Y$ (%)、降伏点応力 $\sigma_Y$ (MPa)、破断点歪み $\epsilon_B$ (%)及び破断点応力 $\sigma$



$\sigma_B$  (MPa) を測定し、更に、破断エネルギーの測定を測定した。また、上述の方法により貯蔵弾性率  $E'$  及び  $\tan \delta$  を測定した。

また、得られた合わせガラス用中間膜を用いた以外は、実施例 1 と同様にして合わせガラスを得、HIC 値及び落球高さを測定した。

結果を表 1 に示した。

【0072】

(実施例 5)

実施例 4 で調製した架橋ポリビニルブチラル樹脂 100 重量部、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート 40 重量部を混合し、これを混練機で十分に熔融混練した後、プレス成形機で  $150^\circ\text{C}$ 、 $980\text{ N/cm}^2$  の圧力で 20 分間プレス成形して、厚さ  $760\text{ }\mu\text{m}$  の樹脂膜を得、これを合わせガラス用中間膜とした。

【0073】

得られた合わせガラス用中間膜について上述の方法により、応力-歪み曲線を求め、降伏点歪み  $\epsilon_Y$  (%)、降伏点応力  $\sigma_Y$  (MPa)、破断点歪み  $\epsilon_B$  (%) 及び破断点応力  $\sigma_B$  (MPa) を測定し、更に、破断エネルギーの測定を測定した。また、上述の方法により貯蔵弾性率  $E'$  及び  $\tan \delta$  を測定した。

また、得られた合わせガラス用中間膜を用いた以外は、実施例 1 と同様にして合わせガラスを得、HIC 値及び落球高さを測定した。

結果を表 1 に示した。

【0074】



【表1】

	降伏点応力 $\sigma_Y$ (MPa)	降伏点歪み $\varepsilon_Y$ (%)	破断点応力 $\sigma_B$ (MPa)	破断点歪み $\varepsilon_B$ (%)	破断エネルギー $U$ (J/mm <sup>2</sup> )	貯蔵弾性率 $E'$ (Pa)	$\tan \delta$	HIC値	落球高さ
実施例1	0.19	20	12.0	800	1.7	$2 \times 10^8$	0.25	○	○
実施例2	0.19	18	13.0	750	1.7	$2 \times 10^8$	0.25	○	○
実施例3	0.20	16	13.0	750	1.8	$2.5 \times 10^8$	0.23	○	○
実施例4	0.21	16	15.4	690	1.9	$4 \times 10^8$	0.20	○	○
実施例5	0.23	15	18.0	690	2.1	$3 \times 10^8$	0.22	○	○

【0075】

(実施例6)

ポリビニルブチラール樹脂 (アセタール化度65.0モル%、ビニルアセテート成分の割

出証特2004-3097320

合 1. 1 モル%) 100 重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート (3GO) 30 重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形機で 150℃、30 分間プレス成形して、厚さ 760  $\mu\text{m}$  の樹脂膜を得た。

得られた 2 枚の樹脂膜の間に、厚さ 100  $\mu\text{m}$  のポリエチレンテレフタレートからなる樹脂膜を挟み、加熱プレスを行い熱圧着して、3 層構造の合わせガラス用中間膜を得た。

#### 【0076】

得られた合わせガラス用中間膜を、厚さがそれぞれ 1.8 mm 及び 1.4 mm の透明な 2 枚のフロートガラスで挟み込み、これをゴムバック内に入れ、2660 Pa の真空度で 20 分間脱気した後、脱気したままオープンに移し、更に 90℃ で 30 分間保持しつつ真空プレスした。このようにして予備圧着された合わせガラスをオートクレーブ中で 135℃、圧力 118  $\text{N}/\text{cm}^2$  の条件で 20 分間圧着を行い、合わせガラスを得た。

得られた合わせガラスについて、上述の方法により落球高さ、HIC 値及び落球高さを測定した。

結果を表 2 に示した。

#### 【0077】

##### (実施例 7)

ポリビニルブチラル樹脂 (アセタール化度 65.0 モル%、ビニルアセテート成分の割合 1.1 モル%) 100 重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート (3GO) 50 重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形機で 150℃、30 分間プレス成形して、厚さ 760  $\mu\text{m}$  の樹脂膜 (3) を得た。

次に、可塑剤量を 50 重量部から 30 重量部に変更したこと以外は樹脂膜 (3) と同様にして樹脂膜 (4) を得た。

#### 【0078】

得られた樹脂膜 (4) を 2 枚の樹脂膜 (3) で挟み、加熱プレスを行い熱圧着して 3 層構造の合わせガラス用中間膜を得た。

得られた合わせガラス用中間膜を用いた以外は、実施例 6 と同様にして合わせガラスを得、上述の方法により落球高さ、HIC 値及び落球高さを測定した。

結果を表 2 に示した。

#### 【0079】

##### (実施例 8)

実施例 4 で調製した架橋ポリビニルブチラル樹脂 100 重量部、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート 40 重量部を混合し、これを混練機で十分に熔融混練した後、プレス成形機で 150℃、980  $\text{N}/\text{cm}^2$  の圧力で 20 分間プレス成形して、厚さ 760  $\mu\text{m}$  の樹脂膜を得、これを合わせガラス用中間膜とした。

得られた合わせガラス用中間膜を用いた以外は、実施例 6 と同様にして合わせガラスを得、上述の方法により落球高さ、HIC 値及び落球高さを測定した。

結果を表 2 に示した。

#### 【0080】

##### (実施例 9)

実施例 1 と同様にして得た合わせガラス用中間膜を、厚さ 2.5 mm のフロートガラスと厚さ 1.0 mm の表面に透明エラストマーからなる傷つき防止層を設けたポリメタクリル酸メチルとで挟着し、これをゴムバック内に入れ、2660 Pa の真空度で 20 分間脱気した後、脱気したままオープンに移し、更に 90℃ で 30 分間保持しつつ真空プレスした。このようにして予備圧着された合わせガラスをオートクレーブ中で 135℃、圧力 118  $\text{N}/\text{cm}^2$  の条件で 20 分間圧着を行い、合わせガラスを得た。

得られた合わせガラスについて、上述の方法により HIC 値及び落球高さを測定した。

結果を表 2 に示した。

#### 【0081】

【表 2】

	落球高さ(m)	HIC値
実施例6	○	○
実施例7	○	○
実施例8	○	○
実施例9	○	○

## 【0082】

## (実施例10)

ポリビニルブチラル樹脂（アセタール化度65.0モル%、ビニルアセテート成分の割合1.1モル%）100重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート（3GO）30重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に溶融混練した後、プレス成形機で150℃、30分間プレス成形した。プレス成形において、一方の辺の端の厚さが660 $\mu$ m、これに対向する他方の辺の厚さが860 $\mu$ mとなるようにして、くさび形状の樹脂膜を得、これを合わせガラス用中間膜とした。

得られた合わせガラス用中間膜を用いた以外は、実施例1と同様にして合わせガラスを製作した。

## 【産業上の利用可能性】

## 【0083】

本発明によれば、外部から加えられた衝撃を緩和する性能に優れ、特に車両用のガラスとして使用した場合において、対人事故が発生して頭部が衝突したときの衝撃緩和性能に優れる合わせガラスを提供できる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0084】

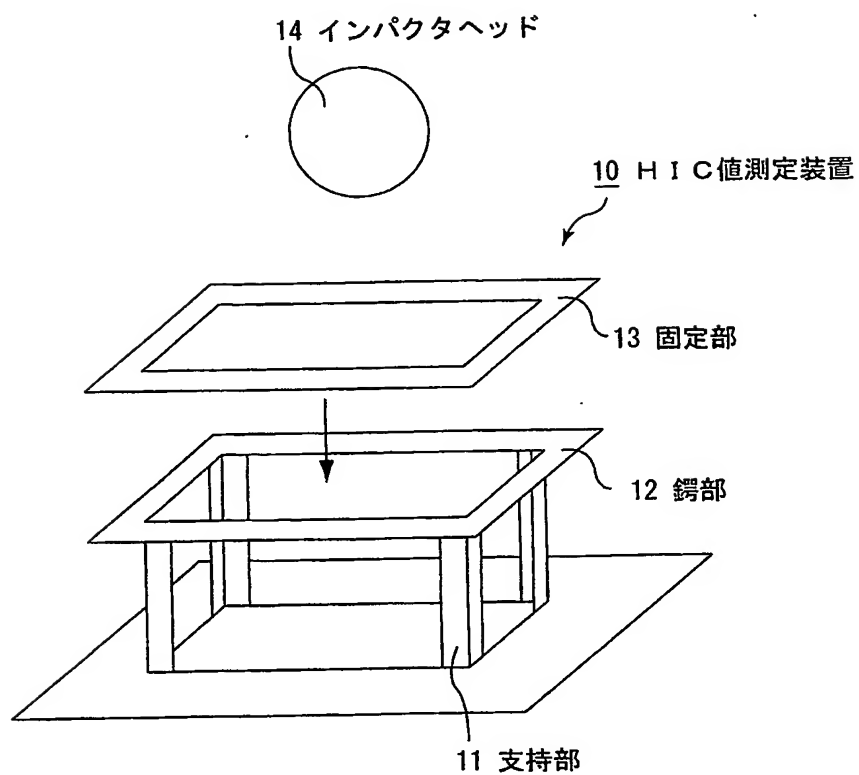
【図1】本発明の合わせガラスのHIC値を測定するHIC測定装置の一例を模式的に示す分解斜視図である。

## 【符号の説明】

## 【0085】

- 10 HIC値測定装置
- 11 支持部
- 12 鋸部
- 13 固定部
- 14 インパクトヘッド

【書類名】 図面  
【図 1】



## 【書類名】要約書

## 【要約】

【課題】外部から加えられた衝撃を緩和する性能に優れ、特に車両用のガラスとして使用した場合において、対人事故が発生して頭部が衝突したときの衝撃緩和性能に優れる合わせガラスを提供する。

【解決手段】少なくとも合わせガラス用中間膜とガラス板とが積層され、一体化されている合わせガラスであって、ヨーロッパ・エンハンスド・ビークル・セーフティ・コミッティー (European Enhanced Vehicle-safety Committee; EEVC/WG17) の規定に準拠して測定した頭部衝撃指数 (Head Injury Criteria; HIC) 値が1000以下である合わせガラス。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-299375
受付番号	50301390400
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成15年 8月25日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年 8月22日

特願 2 0 0 3 - 2 9 9 3 7 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 2 1 7 4 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 9 日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市北区西天満 2 丁目 4 番 4 号

氏 名 積水化学工業株式会社